



特 許 願



昭和50年3月29日

特許庁長官 齊 藤 英 雄 殿

1. 発 明 の 名 称 センリウ コ テヤクサイ
染料 固 着 剤
2. 発 明 者 ウオツ ヒ ミヤナヨウ
住 所 茨城県水戸市火の宮町1-0-18
氏 名 ニ ノ ミ ト シ カズ (ほか6名)
新 塚 俊 一
3. 特 許 出 願 人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号

名 称 (459) 日本カーバイド工業株式会社

(氏名)

代 表 者 牧 田 祥 平



4. 代 理 人 〒107
住 所 東京都港区赤坂1丁目9番15号
日 本 自 転 車 会 館

氏 名 (5078) 弁護士 小 田 島 平 吉
電 話 585-2256 (ほか1名)

① 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 51-112987

⑬公開日 昭51.(1976)10.5

⑭特願昭 50-57408

⑮出願日 昭50.(1975)3.29

審査請求 未請求 (全18頁)

庁内整理番号

714247

⑤日本分類

48 B05

⑤ Int. Cl²

D06P 5/08

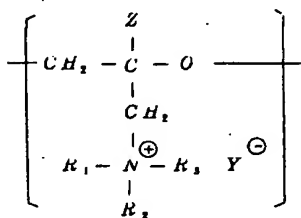
明 細 書

1. 発 明 の 名 称

染料 固 着 剤

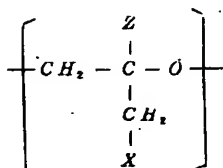
2. 特 許 請 求 の 範 囲

下記式(1)及び(2)



及び

式(1)



式(2)

但し式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 は水素原子、アルキル基及び水酸基1個を含むヒドロキシアルキル基よりなる群よりえられた原子もしくは原子団を示し、これら R_1 、 R_2 、 R_3 は同一でも異つていてもよい、そしてXはハロゲン原子、Yは対イオン(負の電荷をもつた原子または原子団)、Zは水素原子またはメチル基を示す、

で表わされる構成単位からなり、式(1)単位の数をm、式(2)単位の数を(n-m)で表わすと、nは10~20,000の整数、mは1~nの整数である、で表わされるポリグリシジルエーテルアンモニウム塩を有効成分とする染料固着剤。

3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

本発明は、染色物の色調変化、風合悪化、各種

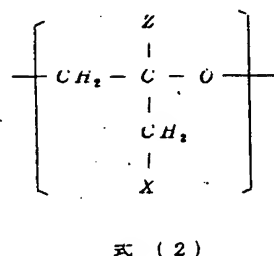
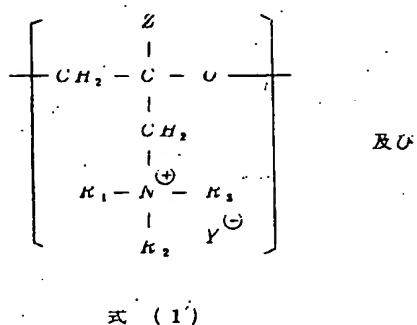
堅牢度とくに日光堅牢度低下などの欠陥乃至不利益を伴うことなしに、広いpH領域で水溶液として良好な安定性を示し、繊維内部への浸透性、吸着性が優れており、且つ染料との結合が容易で優れた固着剤作用を示すと共に使用に際してホルマリン生成による皮膚毒性発生の問題もない染色物染料固着剤に関する。特に好ましくは、直接染料及び／又は反応染料で染色した染色物を処理するのに適した染料固着剤に関する。

従来、染料を固着するための処理方法はよく知られており、この目的で使用される種々の染料固着剤が市販されている。それらの固着剤には、ジシアン系、ポリアミン系、カチオン活性系及びそれらの官能品、樹脂併用のベーキング型等がある。これら従来公知の染料固着剤は、程度の差こそ

あれ、共通して下記欠陥乃至不利益を有している。

例えば、従来の直接染料固着剤は、固着処理により、染色物が変色すること、被染色物の風合をそこなうこと、日光堅牢度が低下すること等の欠点があり、沈澱堅牢度、水堅牢度、汗堅牢度等の堅牢度においても何等かの欠点を有している。さらに、ジシアン系の固着剤は、残留ホルマリンによる固着処理後の皮膚毒性に問題がある。また従来の反応染料固着剤は、固着処理により染色物が変色すること、被染色物の風合をそこなうこと、汗・日光堅牢度が低下すること、水堅牢度が低下すること等いずれかの欠点を有している。

本発明者等は、公知染料固着剤の有する上述の如き欠陥乃至不利益を克服すべく研究の結果、下記式(1)及び(2)



但し式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 は水素原子、アルキル基及び水酸基1個を含むヒドロキ

シアルキル基よりなる群より選ばれた原子もしくは原子団を示し、これら R_1 、 R_2 、 R_3 は同一でも異つていてもよい、そしてXはハロゲン原子、Yは対イオン(負の電荷をもつた原子または原子団)、Zは水素原子またはメチル基を示す、

で表わされる構成単位からなり、式(1)単位の数を m 、式(2)単位の数を $(n-m)$ で表わすと、 n は10~20,000の整数、 m は1~ n の整数である、で表わされるポリグリジルエーテルアンモニウム塩が、上記従来固着剤の欠陥乃至不利益を克服し、広いpH領域において水溶液として良好な安定性を示し、繊維内部への浸透性、吸着性が優れており、且つ又、染料との結合が容易で、優れた染料固着剤作用を示すこと、更に、そ

の製造にホルマリンが使用されないので、該化合物はホルマリンを含まず、前記ジシアン系染料固着剤における皮膚毒性の問題も全く生じないことが発見された。

従つて、本発明の目的は上記改善諸性質を有する染色物染料固着剤を提供するにある。

本発明の上記目的及び更に多くの他の目的及び利点は、以下の記載から一層明らかとなるであろう。

本発明の染色物染料固着剤の有効成分として利用する上記式(1)及び式(2)で表わされる構成単位からなるポリグリンジルエーテルアンモニウム塩(ポリ-β-メチルグリンジルエーテルアンモニウム塩を包含する呼称である)それ自体は公知の化合物であるか、その染色物染料固着剤用途

に関しては、従来全く知られていないし、且つ該用途において前記の卓越した諸改善効果を有することも、全く従来未知のことである。

上記式(1)及び式(2)構成単位からなる本発明の有効成分は、その構造上、下記特徴を有している。

- (1) 窒素原子が完全に四級化されて塩基性が強い。
- (2) 窒素原子に結合した基がいずれも短鎖である。
- (3) 分子中に2個以上の四級化された窒素原子を含み、かつ長い炭素鎖を含まない。
- (4) 分子鎖中にエーテル結合を有している。
- (5) ホルマリンからみちびかれた構成成分を有していない。

本発明の有効成分の式(1)及び式(2)構成単位の数は、式(1)の単位の数を m 、式(2)単位の数を $(n-m)$ として、 n は10~20,000程度の範囲の整数、 m は1~ n の範囲の整数である。本発明の染料固着剤用途においては、四級化率 $[(m/n) \times 100(\%)]$ が、約50~100%の範囲のものが好ましく、約70~100%のものが一層好適である。

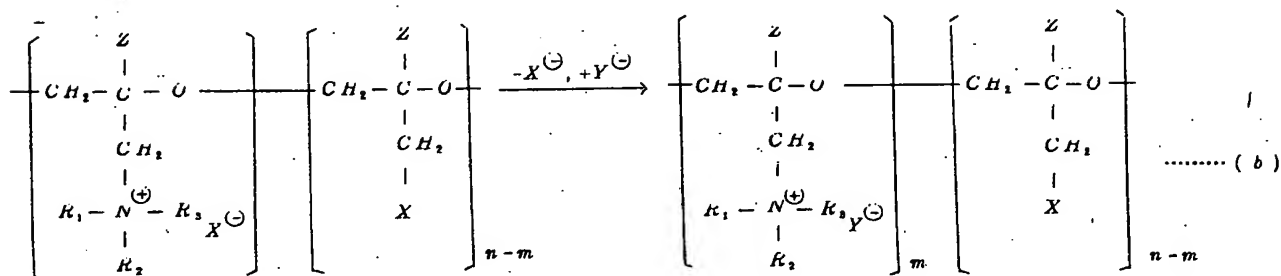
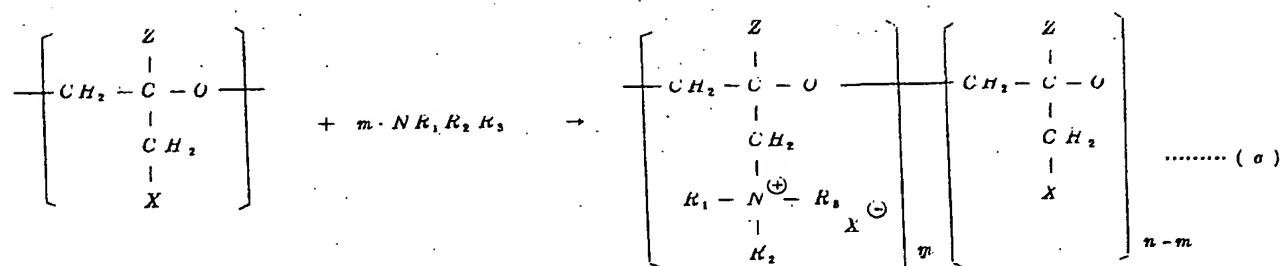
式(1)及び式(2)において、 R_1 、 R_2 、 R_3 は、同一もしくは異つて、水素原子、アルキル基、たとえば $C_1 \sim C_8$ アルキル基、好ましくは $C_1 \sim C_4$ アルキル基、一層好ましくは $C_1 \sim C_3$ アルキル基、及び水酸基1個を含むヒドロキシアルキル基、たとえば $C_1 \sim C_8$ アルキル基、好ましくは $C_1 \sim C_4$ アルキル基、一層好ましくは

$C_1 \sim C_4$ アルキル基、よりなる群からえられ； X はハロゲン原子、たとえば F 、 Cl 、 Br 、 I 好ましくは Cl ； Y は対イオン(負の電荷を持つた原子または原子団)； Z は水素原子またはメチル基を示す。

上記 Y の対イオンの具体例としては、例えば、 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 OH^- 、 SO_4^{--} 、 NO_3^- 、 CH_3COO^- 、 ClO_4^- ；亜硫酸基；オルトリン酸基；メチルホスホネート基；メチルホスフェート基等の如き対イオンを例示できる。

本発明の上記有効成分は、前述の通り、公知化合物であり、公知の方法によつて製造することができる。たとえば、ポリエビハロヒドリンとアミンとの反応によつて得ることができ、使用される

アミンの例としては、ジメチルアミン、ジエチルアミン、トリメチルアミン、トリエチルアミン、*N*-メチルエチルアミン、ジエタノールアミン、*N*-メチルエタノールアミン、*N*-ジメチルエタノールアミン、メチルジエタノールアミン、トリエタノールアミン等をあげることができる。ポリエピハロヒドリンとアミンとの反応は、溶媒中または無溶媒で、常圧または加圧下において容易に行うことができる。溶媒としては、たとえば水、メタノール、エタノール、エーテル、アセトン等を用いることができる。この反応は、公知のメンシュトキン反応を応用したものであつて、本発明の有効成分を有する反応は、次式で表わすことができる。



尚、上記式 (a)、(b) において、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 X 、 Y 、 Z 、 m 及び n は、すでに式 (1)、(2) について述べたと同様である。また、各単位に示した、 m 及び $(n-m)$ はこれらがブロックとして結合していることを意味するものではない。

上記 (b) 式は、(a) 式によつて得られたポリエビハロヒドリンアンモニウム塩の対イオンであるハロゲンイオンを他の対イオンに変える方法を示した式である。(a) 式の生成物をアルカリ性水溶液から沈降させ、次いで酸性水溶性にとかして対イオンを他の所望の対イオンに変換させることができる。

アンモニウム化反応は、ポリエビハロヒドリン 1 モルに対しアミンを約 0.5 ～ 約 3 モルおよび適

当量の水を加え、たとえば 70 ～ 120℃ で約 0.5 ～ 約 24 時間反応させることにより行なうことができる。生成物は、いずれも微細性の白色粉末で、水および低級アルコール類に可溶であり、ベンゼン、トルエン、キシレン、ケトン類等の有機溶剤には不溶乃至難溶である。反応に際し、原料の反応モル比および反応条件を変えることにより、仕様の四級化率の生成物を得ることができる。四級化率は原料の全塩素原子数および生成物の遊離対イオンモル数を測定し、次式で算出できる。

$$\text{四級化率} = \frac{\text{生成物の対イオンモル数}}{\text{原料の全塩素原子数}} \times 100 (\%)$$

ポリエビハロヒドリンは低分子数のものから数百万の高分子数のものまで使用できるが、いずれも同様の方法で反応させることができる。

本発明に係る染色物の固着剤は、原料のポリエビハロヒドリンの分子量の違いによるその処理効果には、ほとんど差異がなく、いずれも同様にすぐれた効果が期待できる。

本発明の染色物染料固着剤を用いて、染色物を処理することにより優れた染料固着効果を得ることができる。

従つて、本発明によれば、前記本発明染料固着剤を用いて、染色物、好ましくは直接染料及び／又は反応染料による染色物を処理することを特徴とする染色物の染料固着処理方法が提供できる。処理に際しては、前記本発明染料固着剤を水溶液または有機溶剤の溶液あるいは水および有機溶剤の混合溶液とする。その溶液中に染色物を浸漬したり、またはその溶液を染色物に噴霧、塗付また

は移行ローラーなど仕様の手段により塗布させたりして、染色物と染料固着剤とを接触させて処理を行うことができる。通常、浸漬もしくは塗布処理したのち、必要に応じて、絞り操作を加え、水洗ぬるいは水洗することなく乾燥して、所望の処理を行うことができる。さらに、他の仕上剤、樹脂加工剤と混合使用することもできる。上記有機溶剤としては、メタノール、エタノールなどのアルコール類、メチルセロソルブなどの水溶性あるいは親水性溶剤を使用することができる。染料固着処理剤溶液の濃度は、適当に選択でき、例えば約 0.01% から約 10% (重量) の範囲で使用できるが、約 0.02 ～ 約 2% の範囲が好ましく、また染色物に対しては約 0.2 ～ 約 20% o.w.f. の範囲が実用的である。処理液の温度は約 20 ～

約70℃、脱漬法による処理時間は約10～約30分程度でよい結果が得られる。

本発明の染料固着剤を直接染料による染色物の後処理に使用した場合、処理後の染色がなく、洗濯堅牢度、水堅牢度、汗堅牢度を増進させ、日光堅牢度を低下することなく、風台をそこなわない効果があり、反応染料による染色物の後処理に使用した場合、処理後の染色がなく、水堅牢度を増進させ、汗耐光堅牢度を低下することなく、風台をそこなわない効果があった。

以下本発明の方法を実施例により詳細に説明する。

実施例 1

オートクレーブにポリエピクロルヒドリン(分子量約5,000)28部を入れ、次いでトリメチ

ルアミン25部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら100～110℃に加熱し3時間反応させる。反応終了後90℃でトリメチルアミンおよび水を蒸発させ、さらに残留するトリメチルアミンおよび水を減圧下で蒸発除去し、反応生成物45.2部を得た。生成物は吸湿性の白色粉末で、四級化率は97%であった。

上記生成物を、直接染料カヤラススフラレットBWS(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトレッド243)、他にカヤラススブラブルー4BLコンク(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトブルー-200)、ダイレクトファーストイエローRスペシャル(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトイエロー86)を用いて常法により染色した木綿布の後処理に使用した。

上記生成物の濃度	0.07%水溶液
浴 比	1:10
温 度	50℃
脱漬時間	20分

脱漬後脱色、水洗し40℃で乾燥した。処理布は色相変化がなく、風台の低下は認められなかった。

この処理布をJIS L-0844 B-2号(洗濯堅牢度試験)、JIS L-0846 B法(水堅牢度試験)、JIS L-0848 B法(汗堅牢度試験)、JIS L-0842(カーボンアーク堅牢度試験)により試験した結果を第1表に示す。

また上記生成物を、反応染料ミカシオン ブリリアントオレンジGS(日本化薬株式会社製品)(リアクティブオレンジ1)、他にスミフイック

スブリリアント ブルーR(住友化学工業株式会社製品)(リアクティブブルー19)、シバクロンバイオレット2R-P(チバ・ガイギー社製品)(リアクティブバイオレット2)を用いて常法により染色した木綿布の後処理に使用した。処理条件は上記直接染料の場合と同様である。処理布は色相変化がなく、汗耐光堅牢度の低下は認められず、かつ風台の低下も認められなかった。この処理布JIS L-0846 B法(水堅牢度試験)、ISO/R 105/N-1968(B)(塩素処理水堅牢度試験)により試験した結果を第2表に示す。

表中、変退色の結果を級で示した。

第 1 表

染料名		洗濯堅牢度	水堅牢度	汗堅牢度	カーボンアーク 燃堅牢度
カヤラス スブラレッド BWS	処理布	5	5	5 5	4
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2	4
カヤラス スブラブルー 4BLコンク	処理布	5	5	4 4 - 5	5の上
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2 - 3	5以上
ダイレクト ファーストイエロー R スペシャル	処理布	5	5	4 - 5 5	5
	未処理布	3 - 4	3 - 4	3 - 4 3 - 4	5

(注) 1. 汗堅牢度 上段; 酸性汗液による試験結果

下段; アルカリ性汗液による試験結果

第 2 表

染料名		汗耐光堅牢度	水堅牢度	塩素処理水 堅牢度
ミカシオン ブリリアント オレンジ GS	処理布	5以上 4	5	5
	未処理布	5 4	4 - 5	4
スミファイックス ブリリアント ブルー R	処理布	5以上 4	3 - 4	5
	未処理布	4 3 - 4	3 - 4	4
シバクロン バイオレット 2R-P	処理布	5 3	3 - 4	5
	未処理布	5 2	3 - 4	4

(注) 1. 汗耐光堅牢度 上段; 酸性汗液試験結果

下段; アルカリ性汗液試験結果

実施例 2

オートクレーブにポリエビクロロヒドリン(分子量約5000)20部を入れ、次いでトリメチルアミン10部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら90~95℃に加熱し10時間反応させる。反応終了後90℃でトリメチルアミンおよび水を蒸発させ、さらに残留するトリメチルアミンおよび水を減圧下で蒸発除去し、反応生成物28.8部を得た。生成物は吸水性の白色粉末で、四級化率は70%であつた。

上記生成物を、直接染料カラススブラレッドBWS(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトレッド243)、他にカラススブラブルー4BLコンク(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトブルー200)、ダイレクトファーストイエ

ローグスペシャル(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトイエロー86)を用いて常法により染色した不絹布の後処理に使用した。処理条件は実施例1と同様である。処理布は色相変化がなく、色合いの低下は認められなかつた。この処理布を実施例1の直接染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果を第3表に示す。

また上記生成物を、反応染料ミカシオンブリリアントオレンジGS(日本化薬株式会社製品)(リアクティブオレンジ1)、他にスミフィックスブリリアントブルーR(住友化学工業株式会社製品)(リアクティブブルー19)、シバクロンバイオレット2R-P(チバ・ガイギー社製品)(リアクティブバイオレット2)を用いて常法により染色した不絹布の後処理に使用した。処理条

件は実施例1と同様である。処理布は色相変化がなく、汗耐久堅牢度の低下は認められず、かつ風合いの低下も認められなかつた。この処理布を実施例1の反応染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果を第4表に示す。

第 3 表

染料名		洗滌堅牢度	水堅牢度	汗堅牢度	カーボンアーク 燐堅牢度
カヤラス スプラレット LWS	処理布	4 - 5	5	4 - 5	4
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2	4
カヤラス スフラブルー 4bLコンク	処理布	4 - 5	5	4 4 - 5	5の上
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2 - 3	5以上
ダイレクト ファーストイエロー Kスペシャル	処理布	5	5	4 - 5 5	5
	未処理布	3 - 4	3 - 4	3 - 4 3 - 4	5

第 4 表

染料名		汗耐光堅牢度	水堅牢度	塩素処理水 堅牢度
ミカシオン ブリリアント オレンジ GS	処理布	5以上 4	5	5
	未処理布	5以上 4	4 - 5	4
メミフィックス ブリリアント ブルー K	処理布	5 4	3 - 4	4 - 5
	未処理布	4 3 - 4	3 - 4	4
シバクロン バイオレット 2R-P	処理布	5 3	3 - 4	4 - 5
	未処理布	5 2	3 - 4	4

実施例 3

オートクレーフにポリエピクロロヒドリン(分子重約5,000)2.0部を入れ、次いでトリメチルアミン1.0部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら90~95℃に加熱し5時間反応させる。反応終了後90℃でトリメチルアミンおよび水を蒸発させ、さらに残留するトリメチルアミンおよび水を減圧下で蒸発除去し、反応生成物25.5部を得た。生成物は吸湿性の白色粉末で、四級化率は50%であった。

上記生成物を、直接染料カヤラスブラレットGWS(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトレット243)、他にカヤラスブラブルー4BLコンク(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトブルー200)ダイレクトファーストイエローRス

ベンヤル(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトイエロー86)を用いて常法により染色した不織布の後処理に使用した。処理条件は実施例1と同様である。処理布は色相変化がなく、風台の低下は認められなかった。この処理布を実施例1の直接染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果を第5表に示す。

また上記生成物を、反応染料ミカシオンブリリアントオレンジGS(日本化薬株式会社製品)(リアクティブオレンジ1)、他にスミファイクスブリリアントブルー(住友化学工業株式会社)(リアクティブブルー19)、シバクロンバイオレット2R-P(チバ・ガイギー社製品)(リアクティブバイオレット2)を用いて常法により染色した不織布の後処理に使用した。処理条件は実

施例1と同様である。処理布は色相変化がなく、耐日光堅牢度の低下は認められず、かつ風台の低下も認められなかった。この処理布を実施例1の反応染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果を第6表に示す。

第 5 表

染料名		洗濯堅牢度	水堅牢度	汗堅牢度	カーボンアーク 痕堅牢度
カヤラス スブラレッド BWS	処理布	3 - 4	4	4	4
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2	4
カヤラス スブラブルー 4GLコンク	処理布	3 - 4	4	3 - 4 4	5 の上
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2 - 3	5 以上
ダイレクト ファーストイエロー R スペシャル	処理布	4	4	4 4 - 5	5
	未処理布	3 - 4	3 - 4	3 - 4 3 - 4	5

第 6 表

染料名		汗耐光堅牢度	水堅牢度	塩素処理水 堅牢度
ミカシオン ブリリアント オレンジ GS	処理布	5 4	4 - 5	4 - 5
	未処理布	5 以上 4	4 - 5	4
スミファイタックス ブリリアント ブルー R	処理布	4 - 5 3 - 4	3 - 4	4
	未処理布	4 3 - 4	3 - 4	4
シバクロン バイオレット 2R-D	処理布	5 2	3 - 4	4 - 5
	未処理布	5 2	3 - 4	4

実施例 4

オートクレーブにホリエピクロルヒドリン（分子重約1,000）28部を入れ、伏いでトリメチルアミン25部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら90～95℃に加熱し3時間反応させる。反応終了後90℃でトリメチルアミンおよび水を蒸発させ、さらに残留するトリメチルアミンおよび水を減圧下で蒸気除去し、反応生成物45部を得た。生成物は吸湿性の白色粉末で収率率は96%であった。

上記生成物を、直接染料カヤラスフラレットBWS（日本化薬株式会社製品）（ダイレクトレッド243）、また反応染料ミカシオンブリリアントオレンジGS（日本化薬株式会社製品）（リアティブオレンジ1）を用いて常法により染色

した木綿布の後処理に使用した。処理条件は実施例1と同様である。ただし上記生成物の吸湿度は0.21%で行なった。処理布は色相変化がなく、風合の低下は認められなかった。この処理布を、直接染料を用いた場合は実施例1の直接染料の場合と同様な堅牢度試験により、また反応染料を用いた場合は実施例1の反応染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果をそれぞれ第7表、第8表に示す。

第 7 表

染料名	洗滌堅牢度	水色堅牢度	汗色堅牢度	カーボンブラック堅牢度
カヤラスフラレットBWS	4-5	5	5 4-5	4
未処理布	2	3-4	2-3 2	4

第 8 表

染料名	耐日光堅牢度	水色堅牢度	塩素処理水色堅牢度
ミカシオンブリリアントオレンジGS	5 4	5	4-5
未処理布	5以上 4	4-5	4

実施例 5

オートクレープにポリエピクロルヒドリン（分子量約1,500,000）25部を入れ、次いでトリメチルアミン32部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら95～100℃に加熱し15時間反応させる。反応終了後90℃でトリメチルアミンおよび水を蒸発させ、さらに残留するトリメチルアミンおよび水を減圧下で蒸発除去し、反応生成物34部を得た。生成物は吸湿性の白色粉末で四級化率は70%であつた。

上記生成物を、直接染料カヤラスブラレッドBWS（日本化薬株式会社製品）（ダイレクトレッド243）、また反応染料スミフイツクスブリリアントブルーR（住友化学工業株式会社製品）（リアクティブブルー19）を用いて常法により

染色した不織布の後処理に使用した。処理条件は実施例1と同様である。ただし温度30℃、反応時間30分で行なつた。処理布は色相変化がなく、風台の低下は認められなかつた。この処理布を、直接染料を用いた場合は実施例1の直接染料の場合と同様な堅牢度試験により、また反応染料を用いた場合は実施例1の反応染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果をそれぞれ第9表、第10表に示す。

第 9 表

染料名	抗褪色率度	水堅牢度	汗堅牢度	カーボンブロー堅牢度
カヤラス ブラレッド BWS	4-5	5	5 4-5	4
未処理布	2	3-4	2-3 2	4

第 10 表

染料名	汗耐久堅牢度	水堅牢度	塩素処理堅牢度
スミフイツクス ブリリアント ブルーR	5 4	3-4	4-5
未処理布	4 3-4	3-4	4

実施例 6

オートクレーブにポリエピクロロヒドリン（分子重約 5,000）25部を入れ、次いでジメチルアミン 36.5部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら 90～95℃に加熱し 10 時間反応させる。反応終了後 90℃でジメチルアミンおよび水を蒸発させ、さらに残留するジメチルアミンおよび水を減圧下で蒸発除去し、反応生成物 3.5部を得た。生成物は吸水性の白色粉末で四級化率は 88.6%であつた。

上記生成物を、直接染料カヤラスブラブルー 4BLコンク（日本化薬株式会社製品）（ダイレクトブルー 200）を用いて常法により染色した不綿布の後処理に使用した。処理条件は実施例 1 と同様である。処理布は色相変化がなく、風合の

低下は認められなかつた。この処理布を実施例 1 の直接染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果を第 11 表に示す。

第 11 表

染料	名	洗濯堅牢度	水堅牢度	汗堅牢度	カーボンブロー堅牢度
		4-5	4-5	4	5
カヤラス ブラブルー 4BLコンク	処理布	4-5	4-5	4	5
	未処理布	2	3-4	2-3	5以上

実施例 7

オートクレーブにポリエピクロロヒドリン（分子重約 3,000）10部を入れ、次いでトリエタノールアミン 16部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら 125～135℃に加熱し 24 時間反応させる。反応終了後反応液を減圧下で濃縮した後アルコールに溶してアセトン中に投入し、析出物を过滤乾燥して生成物 18.2部を得た。生成物は吸水性の白色粉末で四級化率は 72.0%であつた。

上記生成物を、反応染料シバクロンレッド T-2BL（チバ・ガイギー社製品）（リアクティブレッド 17）を用いて常法により染色した不綿布の後処理に使用した。

上記生成物の濃度 0.07%水溶液

特開昭51-112987(15)

浴 比 1:20

温 度 70℃

浸漬時間 10分

後処理後脱液、水洗し40℃で乾燥した。処理布は色相変化がなく、風台の低下は認められなかった。この処理布を実施例1の反応染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果を第12表に示す。

第 12 表

染 料	名	汗耐光堅牢度	水堅牢度	塩素処理水堅牢度
		4 3-4	4-5	4-5
ジバクロン レッド 2'-2BD	処理布	4 3-4	4-5	4-5
	未処理布	3-4 3	4	4

実 施 例 8

オートクレーブにポリ-β-メチルエビクロルヒドリン(分子重約5,000)25部を入れ、次いでトリメチルアミン18部を溶解した水溶液を加え、攪拌しながら100~110℃に加熱し3時間反応させる。反応終了後90℃でトリメチルアミンおよび水を蒸発させ、さらに残留するトリメチルアミンおよび水を減圧下で蒸発除去し、反応生成物37.3部を得た。生成物は収率性の白色粉末で四酸化率は91%であつた。

上記生成物を、直接染料カヤラスブラレットBWS(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトレッド243)、他にカヤラスブラブルー4B、Lコンク(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトブルー200)、ダイレクトファーストイエロー

Rスペシャル(日本化薬株式会社製品)(ダイレクトイエロー86)を用いて常法により染色した木綿布の後処理に使用した。処理条件は実施例1と同様である。処理布は色相変化がなく、風台の低下は認められなかった。この処理布を実施例1の直接染料の場合と同様な堅牢度試験により試験した結果を第13表に示す。

第 13 表

染 料 名		元 濯 堅 牢 度	水 堅 牢 度	汗 堅 牢 度	カーボンアーク 縫 堅 牢 度
カヤラス スフラレット DWS	処 理 布	4 - 5	5	5	4
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2	4
カヤラス スフラブルー 4BLコンク	処 理 布	5	5	4 4 - 5	5 の 上
	未処理布	2	3 - 4	2 - 3 2 - 3	5 以上
ダイレクト ファーストイエロー K スペシャル	処 理 布	5	5	4 - 5 5	5
	未処理布	3 - 4	3 - 4	3 - 4 3 - 4	5

5. 添付書類の目録

1. 明 細 書 1 通
 備 考 面 1 通
 2. 委任状及び特許出願書 各 1 通
 譲渡証書及びその訳文 各 1 通
 国籍及び法人証明書並びにこれらの訳文 各 1 通

6. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発 明 者

住 所
 氏 名
 住 所 茨城県
 氏 名
 住 所
 氏 名
 住 所
 氏 名

(2) 特 許 出 願 人

住 所 東京都港区赤坂1丁目9番15号
 名 称 ダイニホンヨクサイコウギョウ
 (氏名)
 代表者 藤 本 浩 二
 印 章

(3) 代 理 人

住 所 東京都港区赤坂1丁目9番15号
 日 本 自 転 車 会 館
 氏 名 (6314) 井 堀 士 栄 潤 秀

前記以外の発明者

ウオゾ シンジュウ
 住所 富山県魚津市新宿 6番地1号
 ニホン コウキョウ
 日本カーバイド工業 株式会社 社宅内
 クワ ノラ キョ アキ
 氏 名 桑 原 清 明

サシマ ソウワマデニシヤシ ヤ
 住所 茨城県猿島郡総和町西牛ヶ谷 1,171
 カンラ カツ ヒデ
 氏 名 桂 勝 秀

シモツカ ノギマチマルヤシ
 住所 栃木県下都賀郡野木町丸林 554番地1
 ト ガン キヨコ
 氏 名 富 程 貴代子

キタカツシカ ワシマヤチ ウエウチ
 住所 埼玉県北葛飾郡葛宮町大字上内 478番地
 ミヤダンチ ガイク トウ
 わし宮園地2街区10棟102号
 ツツ イ タカ ユキ
 氏 名 筒 井 隆 之

手 続 補 正 書

昭和50年 5月 8日

住所 トンカ イヅミチヨウ
神奈川県横浜市戸塚区和泉町 2985番地
イヅミチヨウダンチ トウ
和泉町国地3棟322号

氏名 アン トウ シン
安 藤 伸

特許庁長官 齊 藤 英 雄 殿

1. 事件の表示

特願昭50-37408号

2. 発明の名称

染料固着剤

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号

名 称 (459) 日本カーバイド工業株式会社

(氏 名)

外1名

4. 代 理 人

住 所 東京都港区赤坂1丁目9番15号

日 本 自 転 車 会 館

氏 名 (5078) 弁護士 小 田 島 平 吉

住 所 外1名

氏 名

5. 補正命令の日付

昭和 50 年 5 月 8 日 (先達付)

6. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

7. 補正の内容

別紙の通り



1) 明細書6頁10行目に、

「ポリグリシルエーテル」とあるを、

「 ポリグリシジルエーテル 」

と訂正する。

2) 明細書9頁下から2行目、末行及び10頁1

行目に、夫々、「アルキル基」とある前に、

「 ヒドロキシ 」

と加入する。

3) 明細書10頁8行目に、「、ClO₄- 」とあ

るを削除する。

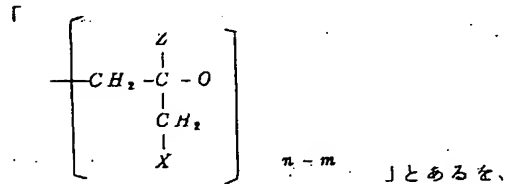
4) 明細書10頁9行目に、「メチルホスホネー

ト基」とあるを、

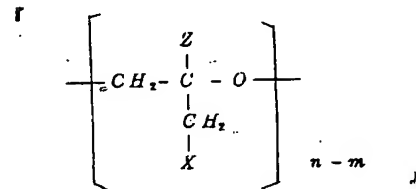
「 メチルホスファイト基 」

と訂正する。

5) 明細書12頁上段の式(a)の右端部に、

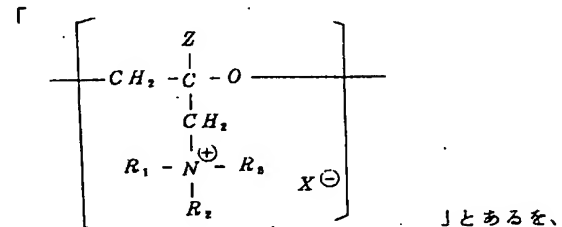


」とあるを、

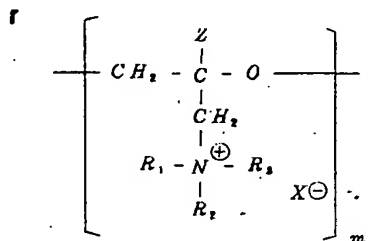


と訂正する。

6) 明細書12頁下段の式(b)の左端部に、



」とあるを、



と訂正する。

7) 明細書 13 頁 11 行目に、

「酸性水溶性」とあるを、

「 酸性水溶液 」

と訂正する。